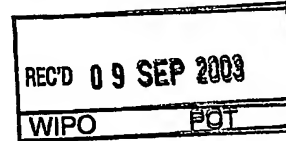


**BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

EP 03/8331

**PRIORITY DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)



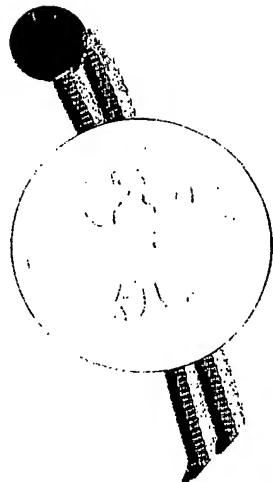
**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Patentanmeldung**

**Aktenzeichen:** 102 39 423.7  
**Anmeldetag:** 28. August 2002  
**Anmelder/Inhaber:** Degussa AG, Düsseldorf/DE  
**Bezeichnung:** Kieselsäure  
**IPC:** C 09 C, C 08 K

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 27. März 2003  
Deutsches Patent- und Markenamt  
Der Präsident  
Im Auftrag

Hiebinger



**Kieselsäure**

Die Erfindung betrifft eine silanisierte, strukturmodifizierte, pyrogen hergestellte Kieselsäure, ein Verfahren zu ihrer Herstellung sowie ihre Verwendung.

- 5 Es ist bekannt, in transparenten Coating-Kompositionen nanoskalige Teilchen zu verwenden.  
So werden gemäß US 6,020,419 pyrogen hergestellte, in situ deagglomerierte Siliciumdioxide, die mit Dimethyldichlorsilan hydrophobiert wurden (Aerosil® R 972),  
10 in Polyuethan-Lacken eingesetzt, um die Kratzfestigkeit der Überzüge zu verbessern.

Die bekannte Kieselsäure hat den Nachteil, daß sie ohne Lackbindemittel nicht in Pulverform herstellbar ist.

- 15 Es bestand somit die Aufgabe, eine Kieselsäure zu entwickeln, die diese Nachteile nicht aufweist.

- Gegenstand der Erfindung sind silanisierte, strukturmodifizierte pyrogen hergestellte Kieselsäuren, welche durch auf der Oberfläche fixierte Gruppen, wobei die  
20 Gruppen Dimethylsilyl und/oder Monomethylsilyl, bevorzugt Dimethylsilyl sind, gekennzeichnet sind.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung können die Kieselsäuren die folgenden physikalisch-chemischen Kenndaten aufweisen:

BET-Oberfläche m <sup>2</sup> /g:	25 - 400
Mittlere Größe der Primärteilchen nm:	5 - 50
pH-Wert:	3 - 10
Kohlenstoffgehalt %:	0,1 - 10
DBP-Zahl %:	< 200

Die erfindungsgemäße Kieselsäure kann eine Stampfdichte von 100 bis 280, bevorzugt 100 bis 240 g/l betragen.

Eine Stampfdichte größer 280 g/l führt zu schlechteren Ergebnissen bei den lacktechnischen Prüfungen.

- 5 Pyrogene Kieselsäuren sind bekannt aus Winnacker-Küchler Chemische Technologie, Band 3 (1983)

4. Auflage, Seite 77 und

Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, 4. Auflage (1982), Band 21, Seite 462.

- 10 Insbesondere werden pyrogene Kieselsäuren durch  
Flammenhydrolyse von verdampfbaren Siliciumverbindungen,  
wie zum Beispiel  $\text{SiCl}_4$  oder organischen  
Siliciumverbindungen, wie Trichlormethylsilan, hergestellt.

- Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur  
15 Herstellung der erfindungsgemäßen silanisierten,  
strukturmodifizierten, pyrogen hergestellten Kieselsäuren,  
welches dadurch gekennzeichnet ist, dass man pyrogen  
hergestellte Kieselsäure auf bekanntem Wege mit  
Dimethylchlorsilan und / oder Monomethyltrichlorsilan  
20 behandelt, wobei die Gruppen Dimethylsilyl und / oder  
Monomethylsilyl auf der Oberfläche der pyrogenen  
Kieselsäure fixiert werden, anschliessend  
strukturmodifiziert und gegebenenfalls nach vermahlt.

- In einer Ausführungsform der Erfindung kann nach der  
25 Strukturmodifizierung und / oder Nachvermahlung eine  
Temperung erfolgen.

Die erfindungsgemäßen Kieselsäuren können beispielsweise  
wie folgt hergestellt werden:

- Die Kieselsäuren, die wie in DE 1 163 784 beschrieben  
30 hergestellt werden können, werden anschließend durch  
mechanische Einwirkung strukturmodifiziert und eventuell in  
einer Mühle nachvermahlen. Eventuell kann nach der

Strukturmodifizierung und/oder Nachvermahlung eine  
Temperung erfolgen.

Die Strukturmodifizierung kann zum Beispiel mit einer  
Kugelmühle oder einer kontinuierlich arbeitenden Kugelmühle  
5 erfolgen. Die Nachvermahlung kann zum Beispiel mittels  
einer Luftstrahlmühle oder Stiftmühle erfolgen. Die  
Temperung kann batchweise zum Beispiel in einem  
Trockenschrank oder kontinuierlich zum Beispiel in einem  
Fließ- oder Wirbelbett erfolgen. Die Temperung kann unter  
10 Schutzgas, zum Beispiel Stickstoff erfolgen.

Die erfindungsgemäßen Kieselensäuren können in Lacke  
eingearbeitet werden, wodurch diese Lacke eine erhöhte  
Kratzfestigkeit aufweisen.

Beispiele

Herstellung und physikalisch-chemische Eigenschaften der Kieselensäuren

5 Herstellung der Vergleichskieselensäuren:

Die Herstellung der Vergleichskieselensäuren 1, 2 und 3 erfolgt wie in DE 1 163 784 beschrieben.

Herstellung der erfindungsgemäßen Kieselensäuren:

10 Die Kieselensäuren, die wie in DE 1 163 784 beschrieben hergestellt werden, werden anschließend durch mechanische Einwirkung strukturmodifiziert und eventuell in einer Mühle nachvermahlen. Eventuell kann nach der Strukturmodifizierung und/oder Nachvermahlung eine Temperung erfolgen.

15 Die Strukturmodifizierung kann zum Beispiel mit einer Kugelmühle oder einer kontinuierlich arbeitenden Kugelmühle erfolgen. Die Nachvermahlung kann zum Beispiel mittels einer Luftstrahlmühle oder Stiftmühle erfolgen. Die Temperung kann batchweise zum Beispiel in einem

20 Trockenschrank oder kontinuierlich zum Beispiel in einem Fließ- oder Wirbelbett erfolgen. Die Temperung kann unter Schutzgas, zum Beispiel Stickstoff erfolgen.

**Tabelle 1:** Übersicht über die Herstellung der Vergleichskieselsäuren und der erfindungsgemäßen Kieselsäuren (Beispiele)

Bezeichnung	oberflächlich fixierte Gruppe	Strukturmodifizierung	Nachvermahlung nach Strukturmodifizierung	Temperung nach Nachvermahlung
Vergleichskieselsäure 1	Dimethylsilyl	Nein	-	-
Vergleichskieselsäure 2	Dimethylsilyl	Nein	-	-
Vergleichskieselsäure 3	Dimethylsilyl	Nein	-	-
Kieselsäure 1	Dimethylsilyl	Ja	Nein	Nein
Kieselsäure 2	Dimethylsilyl	Ja	Nein	Nein
Kieselsäure 3	Dimethylsilyl	Ja	Nein	Nein
Kieselsäure 4	Dimethylsilyl	Ja	Nein	Nein
Kieselsäure 5	Dimethylsilyl	Ja	Ja	Nein
Kieselsäure 6	Dimethylsilyl	Ja	Nein	Nein
Kieselsäure 7	Dimethylsilyl	Ja	Ja	Nein
Kieselsäure 8	Dimethylsilyl	Ja	Ja	Ja
Kieselsäure 9	Dimethylsilyl	Ja	Ja	Ja
Kieselsäure 10	Dimethylsilyl	Ja	Ja	Nein
Kieselsäure 11	Dimethylsilyl	Ja	Ja	Nein

**Tabelle 2:** Physikalisch-chemische Daten der erfindungsgemäßen Kieselensäuren (Beispiele) und der Vergleichskieselensäuren

Bezeichnung	Stamplöslichkeit [g/l]	Trocknungsverlust [%]	Glühverlust [%]	pH-Wert	C-Gehalt [%]	DBP-Adsorption [%]	Spezifische Oberfläche nach BET [m <sup>2</sup> /g]
Vergleichskieselensäure 1	64	0,1	0,5	4,0	0,8	243	113
Vergleichskieselensäure 2	67	0,5	0,6	4,8	1,0	256	165
Vergleichskieselensäure 3	72	0,7	1,0	4,0	1,6	255	256
Kieselensäure 1	236	0,1	0,6	4,0	0,8	127	115
Kieselensäure 2	204	0,1	0,6	3,9	0,8	137	116
Kieselensäure 3	223	0,3	0,7	4,2	1,0	160	169
Kieselensäure 4	186	0,3	0,7	4,2	1,1	152	171
Kieselensäure 5	109	0,2	0,7	4,4	1,1	159	167
Kieselensäure 6	193	1,2	0,7	5,2	1,7	157	258
Kieselensäure 7	125	0,2	0,7	4,1	0,8	130	110
Kieselensäure 8	108	0,7	1,3	5,0	1,7	156	257
Kieselensäure 9	123	0,3	0,5	4,3	1,1	157	165
Kieselensäure 10	102	0,7	1,2	6,2	1,7	164	256
Kieselensäure 11	160	0,2	0,7	4,0	0,8	132	115

Beispiel 1:

Für die Untersuchung der Verbesserung der Kratzfestigkeit ist ein konventioneller 2 Komponenten-Polyurethan-Lack verwendet worden. Die Rezeptur für den Lack sowie die Herstellung einschließlich der Applikation sind im Folgenden zusammengefaßt:

## Rezeptur

Reibgut	Gew. - Teile
Acrylcopolymer, mod. mit synthetischen Fettsäuren, 60%ige Lösung	43,4
Butylacetat 98 % ig	17,8
Xylol	3,9
AEROSIL	5,0
$\Sigma$	70,7
Auflackung	
Xylol	11,3
Ethoxypropylacetat	3,4
Butylglykolacetat	1,6
Aliphatisches Polyisocyanat, ca. 75% in 1- Methoxypropylacetat-2/Xylol 1:1	18,6
$\Sigma$	105,0



Bindemittelkonzentration: 40 %  
AEROSIL berechnet auf Reibgut (FK): 19,2 %  
AEROSIL berechnet auf Lack (Gesamt): 5,0 %  
AEROSIL berechnet auf Lack (FK): 12,5 %

#### Herstellung und Applikation der Lacke

Das Bindemittel wird mit den Lösemitteln vermischt. Anschließend wird zur Vordispergierung das AEROSIL mit dem Dissolver (Scheibe Ø 45 mm) in dieses Gemisch eingearbeitet und 5 min bei 2000 Upm vordispergiert. Die Mischung wird in einer Labor-Perlmühle 30 min bei 2500 Upm und 60% Pumpleistung unter Verwendung von Glasperlen (Ø ca. 1 mm) dispergiert. Die Dispergiergüte wird mit einem Grindometer, 25 µm, nach DIN ISO 1524 überprüft. Er muß kleiner 10 µm sein.

Die Auflackung des Reibgutes erfolgt gemäß der Rezeptur, wobei die Komponenten mit einem Flügelrührer bei 2000 Upm vermischt werden. Auf die gleiche Weise wird der Härter untergerührt.

Nach Einstellung der Lacke auf Spritzviskosität nach DIN 53411 werden die Lacke mittels Spritzapplikation auf schwarz lackierte Bleche, z. B. DT 36 (Fa. Q-Panel), appliziert (Schichtdicke etwa 40-50 µm). Nach dem Spritzen werden die Bleche 24 h bei Raumtemperatur und anschließend 2 h in einem Trockenofen bei 70°C getrocknet.

#### Kratzversuche:

Mit Hilfe einer Scheuer- und Waschbeständigkeitsprüfmaschine (Fa. Erichsen, Bürste mit Schweineborsten) werden die Bleche mit einer Quarz/Wasser Aufschlammung (100g Wasser + 1g Marlon A 350, 0,25%ig + 5g Sikron F500) gescheuert. Der Glanz vor und 10 min nach dem Scheuern wird mit einem Reflektometer (20° Einstrahlwinkel) bestimmt.

Tabelle 3: Zusammenfassung der lacktechnisch relevanten Eigenschaften der flüssigen Lacke sowie der applizierten und getrockneten Filme.

	Vergleichs Kiesel-säure 1	Kiesel- säure 1	Kiesel- säure 2	Referenz	Vergleichs Kiesel- säure 2	Kiesel- säure 3	Kiesel- säure 4	Referenz
Grindometerwert [ $\mu\text{m}$ ]	< 10	< 10	< 10	/	< 10	< 10	< 10	/
Viskosität (Reibgut) [mPas]								
6 Upm	4710	421	772	571	4990	802	772	55
60 Upm	1120	210	264	225	1200	279	264	52
Viskosität (Lack + Härter) [mPas]								
6 Upm	882	105	210	135	857	235	105	70
60 Upm	239	75	92	79	242	100	26	37
Verlauf	Orangenhaut	o. k.	o. k.	o. k.	Orangen- haut	o. k.	o. k.	o. k.
Kratzfestigkeit								
20°-Reflektometerwert vor	39,0	83,4	83,5	88,8	67,2	84,2	82,6	89,3
Kratzen								
Haze vor dem Kratzen	430	30	40	3	235	18	10	2
40 Hübe mit Sikron F 500								
Restglanz [%]	/	83,7	82,3	56,0	/	74,7	80,4	47,2

- Die erfindungsgemäßen Kieseisäuren 1 + 2 bzw. 3 + 4 ermöglichen durch ihre im Vergleich zu vgl. Kieseisäure 1 bzw. 2 wesentlich niedrigere rheologische Wirksamkeit den Einsatz in hohen Konzentrationen ohne Beeinträchtigung der
- 5 Appearance der Lackoberfläche. Außerdem zeigen die erfindungsgemäßen Kieseisäuren eine wesentliche Verbesserung der Kratzfestigkeit der Lackoberfläche.

Beispiel 2

- Bei diesem Beispiel ist der Einfluß der Strukturmodifizierung an Hand eines High Solids 2K PUR-Klarlackes untersucht worden. Die Rezeptur für den Lack sowie die Herstellung einschließlich der Applikation und Prüfung sind im Folgenden zusammengefaßt:

Rezeptur

Reibgut	Gew. -Teile
Acrylcopolymer, mod. mit synthetischen Fettsäuren, 70 % in n-Butylacetat	61,0
Butylacetat 98 %	7,3
Methoxypropylacetat	1,7
Solvesso 100	2,0
Xylol	2,0
Baysilon OL 17, 10 % in Xylol (Silikonöl)	0,7
AEROSIL	5,0
Σ	79,7
Auflackung (Härter)	
Aliphatisches Polyisocyanat, 90 % in n-Butylacetat	22,3
Butylacetat 98%	2,0
Solvesso 100	1,0
Σ	105,0

Bindemittelkonzentration: 62,8 %  
Aerosil berechnet auf Reibgut (FK): 11,7 %  
Aerosil berechnet auf Lack (Gesamt): 5,0 %  
Aerosil berechnet auf Lack (FK): 8,0 %

5

#### Herstellung und Applikation der Lacke

Das Bindemittel wird mit den Lösemitteln vermischt.

Anschließend wird zur Vordispersierung das AEROSIL mit dem Dissolver (Scheibe Ø 45 mm) in dieses Gemisch

- 10 eingearbeitet und 5 min bei 2000 Upm vordispersiert. Die Mischung wird in einer Labor-Perlmühle 30 min bei 2500 Upm und 60% Pumpleistung unter Verwendung von Glasperlen (Ø ca. 1 mm) dispersiert. Die Dispersierungsgüte wird mit einem Grindometer, 25 µm, nach DIN ISO 1524 überprüft. Er muß
- 15 kleiner 10 µm sein.

Die Auflackung des Reibgutes erfolgt gemäß der Rezeptur, wobei die Komponenten mit einem Flügelrührer bei 2000 Upm vermischt werden. Auf die gleiche Weise wird der Härter untergerührt.

- 20 Nach Einstellung der Lacke auf Spritzviskosität nach DIN 53411 werden die Lacke mittels Spritzapplikation auf schwarz lackierte Bleche, z. B. DT 36 (Fa. Q-Panel), appliziert (Schichtdicke etwa 40-50 µm). Nach dem Spritzen werden die Bleche 24 h bei Raumtemperatur und anschließend
- 25 2 h in einem Trockenofen bei 70°C getrocknet.

Kratzversuche:

- Mit Hilfe einer Scheuer- und Waschbeständigkeitsprüfmaschine (Fa. Erichsen, Bürste mit Schweineborsten) werden die Bleche mit einer Quarz/Wasser Aufschlammung (100g Wasser + 1g Marlon A 350, 0,25%ig + 5g Sikron F500) gescheuert. Der Glanz vor und 10 min nach dem Scheuern wird mit einem Reflektometer (20° Einstrahlwinkel) bestimmt.

10 Tabelle 4: Zusammenfassung der lacktechnisch relevanten Eigenschaften der flüssigen Lacke sowie der applizierten und getrockneten Filme.

	Vergleichs Kieselsäure 2	Kiesel- säure 3	Kiesel- säure 4	Referenz
Grindometerwert [µm]	< 10	< 10	< 10	/
Viskosität (Reibgut) [mPas]				
6 Upm	6200	1500	541	140
60 Upm	2100	900	559	195
Viskosität (Lack+Härter) [mPas]				
6 Upm	3821	1041	497	167
60 Upm	1320	666	446	195
Verlauf	starke Orangen- schale	o. k.	o.k.	o.k.
20°-Reflektometerwert vor Kratzen	81,0	83,5	82,8	88,0
Haze	25	5	6	2
40 Hübe mit Sikron F 500 Restglanz [%]		94,3	93,4	82,0

- Die erfindungsgemäßen Kieselsäuren 3 + 4 ermöglichen durch ihre im Vergleich zu vgl. Kieselsäure. 2 wesentlich niedrigere rheologische Wirksamkeit den Einsatz in hohen Konzentrationen ohne Beeinträchtigung der Appearance der
- 5 Lackoberfläche. Außerdem zeigen die erfindungsgemäßen Kieselsäuren eine wesentliche Verbesserung der Kratzfestigkeit der Lackoberfläche

Beispiel 3

Direkter Vergleich der erfindungsgemäßen Kieselsäuren mit einem kratzfesten Lack, entsprechend DE 198 11 790 A1, in dem AEROSIL R 972 zur Verbesserung der Kratzfestigkeit eingesetzt wird.

5

	Stand der Technik 1)	erfindungsgemäße Kieselsäuren 2)
Reibgut		
Desmophen A 2009/1		190,2
Methoxypropylacetat : Solvesso 100 1:1		36,8
AEROSIL		23,0
$\Sigma$		250,0

Auflackung		
Desmophen A YEP4-55A, enthält AEROSIL R 972	96,0	-
Reibgut	-	48,9
Desmophen 2009/1	-	24,9
OL 17, 10%ig in MPA	-	-
Modaflow 1%ig in MPA	-	-
MPA : Solvesso 100 1:1	11,6	33,8
Butylglykolacetat	10,5	10,5
Byketol OK	7,5	7,5
Byk 141	0,8	0,8

Zugabe Härter		
Desmodur N 3390	23,6	23,6
$\Sigma$	150,0	150,0



Herstellung und Applikation der Lacke

- 1) Die Vergleichskieselsäure 1 wird gemäß DE 198 11 790 Al mit einem Düsenstrahldispersgator in das Bindemittel eingearbeitet.
- 5 2) Das Bindemittel wird mit den Lösemitteln vermischt. Anschließend wird zur Vordispersgierung das AEROSIL mit dem Dissolver (Scheibe Ø 45 mm) in dieses Gemisch eingearbeitet und 5 min bei 2000 Upm vordispersgiert. Die Mischung wird in einer Labor-Perlmühle 30 min bei 10 2500 Upm und 60% Pumpleistung unter Verwendung von Glasperlen (Ø ca. 1 mm) dispersgiert. Die Dispersgiergüte wird mit einem Grindometer, 25 µm, nach DIN ISO 1524 überprüft. Er muß kleiner 10 µm sein.

15 Die Auflackung der Reibgute entsprechend 1) oder 2) erfolgt gemäß der Rezeptur, wobei die Komponenten mit einem Flügelrührer bei 2000 Upm vermischt werden. Auf die gleiche Weise wird der Härter untergerührt.

20 Nach Einstellung der Lacke auf Spritzviskosität nach DIN 53411 werden die Lacke mittels Spritzapplikation auf schwarz lackierte Bleche, z. B. DT 36 (Fa. Q-Panel), appliziert (Schichtdicke etwa 40-50 µm). Nach dem Spritzen werden die Bleche 24 h bei Raumtemperatur und anschließend 2 h in einem Trockenofen bei 70°C getrocknet.

Kratzversuche:

Mit Hilfe einer Scheuer- und

Waschbeständigkeitsprüfmaschine (Fa. Erichsen, Bürste mit Schweineborsten) werden die Bleche mit einer Quarz/Wasser

- 5 Aufschlammung (100g Wasser + 1g Marlon A 350, 0,25%ig + 5g Sikron F500) geschauert. Der Glanz vor und 10 min nach dem Scheuern wird mit einem Reflektometer (20° Einstrahlwinkel) bestimmt.

- 10 Tabelle 5: Zusammenfassung der lacktechnisch relevanten Eigenschaften der flüssigen Lacke sowie der applizierten und getrockneten Filme.

	Stand der Technik	Kiesel-säure 1	Kiesel-säure 4	Referenz
Grindometerwert [µm]	< 10	< 10	< 10	/
Viskosität (Reibgut) [mPas]				
6 U <sub>pm</sub>	58	30	26	30
60 U <sub>pm</sub>	48	43	33	40
Wave scan				
long wave	4,8	1,2	1,1	1,4
short wave	6,5	3,0	3,1	4,7
20°-Reflektometerwert vor Kratzen	89,0	90,2	89,6	90,8
Haze vor dem Kratzen	4	4	3	4
40 Hübe mit Sikron F 500 Restglanz [%]	78,3	85,9	86,2	55,3

- 15 Es zeigt sich, daß durch den Einsatz der erfindungsgemäßen Kieselsäuren eine wesentlich höhere Verbesserung des Restglanzes nach einer Kratzbeanspruchung der

Lackoberfläche erzielt wird, als mit dem Stand der Technik. Außerdem verursachen die erfindungsgemäßen Kieselsäuren aufgrund ihrer geringen rheologischen Wirksamkeit keinen Orangenschaleneffekt.

## Patentansprüche

1. Silanisierte, strukturmodifizierte, pyrogen hergestellte Kieselsäuren, gekennzeichnet durch auf der Oberfläche fixierte Gruppen, wobei die Gruppen Dimethylsilyl und/oder Monomethylsilyl sind.  
5
2. Silanisierte, strukturmodifizierte, pyrogen hergestellte Kieselsäuren gemäß Anspruch 1, gekennzeichnet durch die folgenden physikalisch-chemischen Kenndaten:  
10

BET-Oberfläche m <sup>2</sup> /g:	25 - 400
Mittlere Größe der Primärteilchen nm:	5 - 50
pH-Wert:	3 - 10
Kohlenstoffgehalt %:	0,1 - 10
DBP-Zahl %:	< 200
- 15 3. Verfahren zur Herstellung der silanisierten, strukturmodifizierten, pyrogen hergestellten Kieselsäure gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man pyrogen hergestellte Kieselsäure auf bekanntem Wege mit Dimethyldichlorsilan und / oder Monomethyltrichlorsilan  
20 behandelt, wobei die Gruppen Dimethylsilyl und / oder Monomethylsilyl auf der Oberfläche der pyrogenen Kieselsäure fixiert werden, anschliessend strukturmodifiziert und gegebenenfalls nach vermahlt.
- 25 4. Verfahren zur Herstellung der silanisierten, strukturmodifizierten, pyrogen hergestellten Kieselsäure gemäß Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass nach der Strukturmodifizierung und / oder Nachvermahlung eine Temperung erfolgt.
- 30 5. Verwendung der silanisierten, strukturmodifizierten, pyrogen hergestellten Kieselsäure zur Verbesserung der Kratzfestigkeit von Lacken.

### Zusammenfassung

#### Kieselsäure

- Silanisierte strukturmodifizierte pyrogen hergestellte
- 5 Kieselsäuren, gekennzeichnet durch auf der Oberfläche  
fixierte Gruppen, wobei die Gruppen Dimethylsilyl und/oder  
Monomethylsilyl sind, werden hergestellt, in dem man  
pyrogen hergestellte Kieselsäure auf bekanntem Wege mit  
Dimethyldichlorsilan und / oder Monomethyltrichlorsilan  
10 behandelt, wobei die Gruppen Dimethylsilyl und / oder  
Monomethylsilyl auf der Oberfläche der pyrogenen  
Kieselsäure fixiert werden, anschliessend  
strukturmodifiziert und gegebenenfalls nachvermahlt.  
Sie werden zur Verbesserung der Kratzfestigkeit im Lacken  
15 eingesetzt

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**